检测消泡剂中 Pb

1 样品溶液制备

称取 1.0-5.0g 样品(精确到万分之一)于聚四氟乙烯瓶中,加入 $6\,$ mL HNO_3 ,待固体溶解后转移至电热板,并加热赶酸至样品剩余 $2-3\,$ mL 混合物,取下冷却至室温后加入 $3\,$ mL HF 和 $2\,$ mL $HCIO_4$,电热板 $190\,$ 度加热至固体完全溶解并静干,冷却至室温后加入 $3\,$ mL HNO_3 溶解盐类,并转移定容至 $25\,$ mL 容量瓶中,摇匀备用。

2 实验设备及试剂

AA-7000 系列原子荧光分光光度计(配有 As 空心阴极灯,北京东西分析仪器有限公司)

聚四氟乙烯烧杯

硝酸 (HNO3): 优级纯

HF: 优纯级

高氯酸:优纯级

磷酸二氢铵:分析纯

盐酸:优级纯

Pb 单元素标准溶液(国家标准物质研究中心)

3 仪器条件

一夫	波长	灯电流	氘灯电流	光谱通带宽度	背景扣除	
元素	(λ/nm)	(I/mA)	(I/mA)	(△λ/nm)	方式	
Pb	283.3	3.0	80.0	0.2	氚灯	

Pb[石墨炉温度曲线]

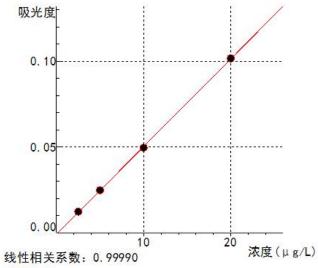
序号	步骤	开始温度(℃)	结束温度(℃)	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	100	30	开	关	功率	开
2	干燥	100	120	15	开	关	功率	开
3	灰化	120	900	10	开	关	功率	开
4	灰化	900	950	8	开	关	功率	开
5	灰化	950	950	6	关	关	功率	开
6	原子化	2000	2000	2	关	关	功率	开
7	清除	2200	2200	2	开	关	功率	开
8	冷却	0	0	22	开	关	功率	
9	冷却	0	0	2	关	关	功率	开

4 标准溶液的配制

Pb 检测时 10μ L 样品加 5μ L1%磷酸二氢铵,As、Hg 检测参照分析方法手册

元素		浓度(µg/L)					
Pb	0	2.5	5	10	20.0		

5 标准曲线



曲线方程: Y=0.00511*X-0.00076